

1/9/2
DIALOG(R)File 352:DERWENT WPI
(c)1997 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

008124657
WPI Acc No: 90-011658/199002
XRAM Acc No: C90-005043

Easy-opening non-twisting carbon fibre bundle - comprises non-twisting carbon fibre bundle impregnated with sizing agent and having specified min. ratio of bundle width to thickness

Patent Assignee: TORAY IND INC (TORA)
Number of Countries: 001 Number of Patents: 002
Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
JP 1292038	A	19891124	JP 88122841	A	19880519		199002 B
JP 93029688	B	19930506	JP 88122841	A	19880519	D01F-009/14	199321

Priority Applications (No Type Date): JP 88122841 A 19880519

Patent Details:

Patent	Kind	Lan	Pg	Filing Notes	Application	Patent
JP 1292038	A		7			
JP 93029688	B		7	Based on		JP 1292038

Abstract (Basic): JP 1292038 A

An easy-opening non-twisting carbon fibre bundle comprises a non-twisting carbon fibre bundle impregnated with a sizing agent and having a ratio of D/t of at least 15, where D = the width of the bundle and t = the thickness of the bundle. It is prep'd. by sizing the non-twisting carbon fibre bundle followed by drying using a hot roller drier accompanied with a cleaning device, the appts. comprising a hot roller and a cleaning device.

USE/ADVANTAGE - It is suitable for improvement of quality and productivity of prepregs. It is easy to open and retains the width of the bundle, so that no widening device is required.

In an example, a high strength carbon fibre bundle (no. of filaments = 12000, wt. per unit length = 0.8g) was pulled through a sizing agent impregnator and a hot roller at a velocity of 3 m/min. to give samples of a prepreg. A sample having a ratio D/t of more than 15 has a final width of the bundle of 9-10mm and a good appearance. In a comparative example, a sample having a ratio D/t of less than 15 has a final width of bundle of 5-6mm and a bad appearance.

0/4

Title Terms: EASY; OPEN; NON; TWIST; CARBON; FIBRE; BUNDLE; COMPRISE; NON; TWIST; CARBON; FIBRE; BUNDLE; IMPREGNATE; SIZE; AGENT; SPECIFIED; MINIMUM ; RATIO; BUNDLE; WIDTH; THICK

Derwent Class: E36; F01; L02

International Patent Class (Main): D01F-009/14

International Patent Class (Additional): C08J-005/06; C08J-005/24; D06M-015/55

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): E31-N01; F01-D09A; F01-E; L02-H04A

Chemical Fragment Codes (M3):

01 C106 C810 M411 M424 M720 M903 M904 M910 Q323 Q453 R05086-P

Derwent Registry Numbers: 1669-P

Specific Compound Numbers: R05086-P

⑫ 特 許 公 報 (B 2)

平5-29688

⑤ Int. Cl.³D 01 F 9/14
C 08 J 5/24
D 06 M 15/55

識別記号

庁内整理番号

7199-3B
7188-4F
7199-3B

⑭公告 平成5年(1993)5月6日

D 06 M 15/55

請求項の数 3 (全7頁)

⑬発明の名称 開繊性の優れた無燃炭素繊維束、その製造法および製造装置

前置審査に係属中

⑮特 願 昭63-122841

⑯公 開 平1-292038

⑰出 願 昭63(1988)5月19日

⑱平1(1989)11月24日

⑲発 明 者 森 幸 由 愛媛県伊予郡松前町大字筒井1515 東レ株式会社愛媛工場
内⑳発 明 者 松 原 伸 行 愛媛県伊予郡松前町大字筒井1515 東レ株式会社愛媛工場
内㉑発 明 者 日 野 武 愛媛県伊予郡松前町大字筒井1515 東レ株式会社愛媛工場
内

㉒出 願 人 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

審 査 官 花 田 吉 秋

㉓参考文献 特開 平1-162876(JP, A)

1

2

㉔特許請求の範囲

1 ポリグリシジルエーテル類、環状脂肪族ポリ
エポキシサイド類、あるいはこれらの混合物を必須
成分とするサイジング剤を含有した炭素繊維束の
糸幅(D)、厚み(t)の比が下記式を満足することを特
徴とする開繊性の優れた無燃炭素繊維束。

$$D/t \geq 15$$

2 無燃状態の炭素繊維束にポリグリシジルエー
テル類、環状脂肪族ポリエポキシサイド類、ある
いはこれらの混合物を必須成分とするサイジング
剤を付与するに際し、サイジング液を付与した無
燃炭素繊維束を0.1g/フィラメント以上の張力
でホットロールに押し付け、拡幅した状態でホッ
トロール出口における炭素繊維束重量(W₀)と
サイジング液重量(W₁)がW₁/(W₀+W₁)≤
0.25を満足するまで乾燥することを特徴とする開
繊性の優れた無燃炭素繊維束の製造法。

3 無燃状態の炭素繊維束に対するサイジング処
理手段と、サイジング処理した炭素繊維束を乾燥
するためのホットロールと、該ホットロールを連
続的に清浄化する拭き取り布と、該拭き取り布を
ホットロールに押しつける手段とを備えたことを

特徴とする開繊性の優れた無燃炭素繊維束の製造
装置。

発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は開繊性に優れた無燃炭素繊維束、その
製造法および製造装置に関する。

〔従来の技術〕

炭素繊維はプラスチックの補強用繊維として広
く用いられている。これらの用途に使用される繊
維束はエポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂な
どの熱硬化性樹脂を含浸し、薄く拡げたシート状
のプリプレグとして成型加工に供されているが、
成型品の軽量化・高性能化および航空宇宙用途へ
の一部実用化など、用途の多様化・量的拡大に伴
いプリプレグの極薄物、厚みの均一性への要求が
増大してきた。このようなプリプレグの極薄物、
厚みの均一性への要求の増大に伴い、その原料と
なる繊維束の開繊性向上が強く要請されるように
なってきた。

一般に炭素繊維は本来開繊性が極めて良好で、
このためその取扱いに当って非常に毛羽が立ち易
くかつ作業性が悪いので、通常では何らかのサイ

3

ジグ処理が必要であった。

この際、サイジング剤は繊維束に均一に付与するため、一般に低濃度に調整したサイジング溶液、あるいは分散液（以下、単にサイジング液と称する）として繊維束に付与し、次の乾燥工程で溶媒が乾燥除去される。サイジング剤の乾燥手段にはサイジング剤の粘性および繊維束の毛羽立ち易い性質などから従来は非接触の乾燥機、例えば熱風循環式乾燥機が用いられてきた。

しかし、非接触の乾燥機は乾燥速度が遅く、サイジング剤の形態保持力が発現するまでにサイジング液の表面張力で繊維束が丸く集束し、そのままの形態で硬化する結果、繊維束の開繊性が著しく低下するという問題があった。そこでサイジング剤の集束力を弱め、繊維束の開繊性が改善する技術として過去に種々の提案が為されている。例えば、繊維束を円柱体を軸方向に振動を与えつつ走行させて開繊する（特開昭56-43435号公報）、繊維束を溶剤中または溶剤で膨潤させた状態で曲面を有する基材を表面にそわせて張力をかけながら連続的に引き取ることにより開繊する（特開昭57-56220号公報、同58-1725号公報）、付着せるサイジング剤を減量または除去し張力下で基体に押し当てて拡幅する（特開昭62-184172号公報）などである。

〔発明が解決しようとする課題〕

しかし、かかる従来技術は何れも繊維束を擦過する方法であり、開繊拡幅効果を高めるために張力を高くすると毛羽の発生が増大するという問題があった。

本発明の課題は上記従来技術の問題点の解消、即ち開繊性の優れた炭素繊維束を提供し、ひいてはブリブregの品質・品位の向上と共に、ブリブreg工程の作業性、生産性の向上を図ることにある。また他の課題は上記炭素繊維束の効率的な製造法とその製造装置を提供するにある。

〔課題を解決するための手段〕

本発明の上記課題は、

- (1) ポリグリシジルエーテル類、環状脂肪族ポリエポキサイド類、あるいはこれらの混合物が必須成分とするサイジング剤を含有した炭素繊維束の糸幅(D)、厚み(t)の比が下記式を満足する開繊性の優れた無燃炭素繊維束。

4

$$\frac{D}{t} \geq 15$$

- (2) 無燃状態の炭素繊維束にポリグリシジルエーテル類、環状脂肪族ポリエポキサイド類、あるいはこれらの混合物を必須成分とするサイジング剤を付与するに際し、サイジング液を付与した無燃炭素繊維束を0.1 g/フィラメント以上の張力でホットロールに押し付け、拡幅した状態でホットロール出口における炭素繊維束重量(W₀)とサイジング液重量(W₁)がW₁/(W₀+W₁) ≤ 0.25を満足するまで乾燥することを特徴とする開繊性の優れた無燃炭素繊維束の製造法。

- (3) 無燃状態の炭素繊維糸条に対するサイジング処理手段と、サイジング処理した炭素繊維束を乾燥するためのホットロールと、該ホットロールを連続的に清浄化する拭き取り布と、該拭き取り布をホットロールに押しつける手段とを備えたことを特徴とする開繊性の優れた無燃炭素繊維束の製造装置。

によつて解決することができる。

すなわち、まず、本発明繊維束のサイジング剤としては、従来公知のポリグリシジルエーテル類、環状脂肪族ポリエポキサイド類、あるいはこれらの混合物を必須成分とするサイジング剤であるが、これらの中、特に好ましいサイジング剤は特公昭57-49675号公報に示されるエポキシ樹脂系でサイジング剤である。具体的には、エポキシ樹脂、不飽和二塩基酸とビスフェノール類のアルキレンオキシド付加物との縮合物及びフェノール類のアルキレンオキシド付加物を必須成分とするエポキシ樹脂系サイジング剤である。また、本発明に用いるサイジング剤は、ポリウレタン樹脂を含まないものである。ポリウレタン樹脂を含む場合には、ホットロール上にガムアップし、単糸切れが多発するなどの問題がある。このサイジング剤の付着量は0.2～5重量%、好ましくは0.5～2重量%である。

また本発明繊維束は実質的に無燃の状態である。即ち、炭素繊維用ブリカーサの炭素化および電解表面処理の如き後処理を実質的に無燃状態で行なつた繊維束、あるいは該炭素化および後処理を適度の有燃状態で行なつた後、サイジング処理に先立つて解燃処理した繊維束である。この繊維

束は通常繊維径が3~10 μ 程度の単繊維、約500~50000本程度集合した状態の繊維束である。本発明においてはこの繊維束の糸幅(D、mm)と厚み(t、mm)比、D/tを15以上、好ましくは30~60に拡張しその状態を維持することが重要である。

ここで、該繊維束の糸幅(D、mm)は実測値であり、また厚み(t、mm)は次式により算出する。

$$\text{厚み} = \frac{\text{トータルフィラメント数} \times \text{単糸径}}{D / \text{単糸径}}$$

式中、Dは糸幅(実測値、mm)である。

この際、D/tが15未満では本発明繊維束のブリブ工工程において、走行中の繊維束がSまたはZ方向に回転しやすく、開繊性に斑を生じる原因となる。また糸幅が狭いためブリブ工工程の拡張率を大きくする必要があり、毛羽の発生が増大する原因となる。

このように本発明繊維はD/tを所定範囲に保つことによつて初めて本発明の所期の課題を解決することができる。

なお、本発明繊維束には従来公知のアクリル系、レーヨン系、ビッチ系などの炭素繊維束すべてが包含されることは勿論である。

次に、上記本発明繊維束の製造例とその際用いる製造装置例について、図面を参照しながら説明する。

第1図は本発明にかかる無燃炭素繊維束の製造装置(サイジング処理装置)例の概略図である。

第1図において、1は無燃炭素繊維束、2はサイジング付与手段、3、5はガイドロール、4はホットロール、6はホットロールのクリーニング手段、7はホットロール表面に付着するサイジング剤を拭き取る拭取り布、8は拭取り布7の供給部、9は拭取り布7をホットロールに押し付けるニップロール、10は拭取り布7の巻取部である。

張力下で走行する炭素繊維束1はサイジング付与手段2によつてサイジング液を付与された後、ガイドロール3を経由してホットロール4に導かれる。この場合のサイジング付与手段2としてはデイツプ式、キスロール式、オーバーフロー式、噴霧式などがあるが、いずれの方式を用いてもよい。

また3、5のガイドロールはホットロール4への接触時間を延長させるためのものであり、サイジング液を付与した炭素繊維束を直接ホットロールに導いてもよい。

ホットロール4に導入された炭素繊維束は張力によつてホットロール4に押し付けられ、拡張すると同時に急速に乾燥されるホットロール4上で拡張された炭素繊維束の扁平な形態がサイジング剤によつて限定される。

一方、ホットロール4上に付着した余分なサイジング剤はホットロール4が1回転する間にクリーニング手段6、即ち、拭取り布7(例えば、綿布など)によつて除去される。拭取り布7は供給部8より供給され、ニップロール9によつてホットロール4に押し付けられ、ホットロール4を連続的に清浄化した後、巻取部10に巻き取られる。拭取り布7は清浄化効率の点からホットロール4の回転方向と逆方向に動かすことが望ましいが、ホットロール4の回転方向と同一方向に動かしてもよい。

ホットロール4上における炭素繊維束の拡張度は、糸条張力、ガイドロールおよびホットロールのロール間距離やロール径などに支配される。

炭素繊維束に付与する張力はサイジング液の表面張力による炭素繊維束の集束効果とホットロール上における炭素繊維束の拡張度を大きくするため、糸痛みの生じない範囲で大きくとるものであり、具体的には、サイジング液を付与した無燃炭素繊維束を0.1g/フィラメント以上、好ましくは0.2g/フィラメント以上の張力でホットロールに押し付けるものである。張力は高ければ高いほどホットロール上の炭素繊維束の拡張度を増すことになり有効であるが、張力を高くし過ぎることは炭素繊維束の毛羽の発生原因になると共に、設備コストがアップする点からも好ましくない。

また、湿润状態の炭素繊維束が走行する区域においては、ガイドロールおよびホットロールのロール間距離、あるいはサイジング出からホットロールまでの距離を短くすることは、サイジング液の表面張力による炭素繊維束の集束を防止する上に有効であり、このため前記ロール間距離、あるいはサイジング出力~ホットロール間距離を1m以下、好ましくは0.5m以下とするのがよい。

この場合のロール径は、小さいほど炭素繊維束の拡幅効果が増大する。しかし、あまり小さ過ぎると毛羽発生やロールへの単糸巻付きの原因となるため50～500mmφ、好ましくは100～300mmφ程度がよい。

ホットロール4上で拡幅された炭素繊維束の形態を固定するためには、上記した糸上張力、ガイドロールおよびホットロールのロール間距離やロール径以外に、ホットロール出口における炭素繊維束重量 (W_0) とサイジング液重量 (W_1) が $W_1 / (W_0 + W_1) \leq 0.25$ を満足するまで乾燥するものである。なお、残る溶媒を乾燥する手段として接触方式、非接触方式のいずれの乾燥方式を採用してもよい。

またホットロール速度は炭素繊維束の走行速度と同一速度でよいが、炭素繊維束の走行速度と異なる速度（高速、あるいは低速）で動かすことがより好ましい。これによりホットロール上における炭素繊維束を一層効果的に拡幅することができる。すなわち、ホットロールは積極的に駆動させるもよく、また駆動系を有しないで糸条の張力で軽く回転可能な自由回転ロールを用いてもよい。

次に、上記本発明繊維束の他の製造装置例について、図面を参照しながら説明する。

第2図は本発明にかかる無燃炭素繊維束の他のサイジング処理装置例として、乾燥装置にホットプレートを用いた装置の概略図である。

第2図において、1は無燃炭素繊維束、2はサイジング付与手段、3はガイドロール、4'はホットプレートである。

張力下で走行する炭素繊維束1は前記の装置例の場合と同様に、サイジング付与手段2によつてサイジング液を付与された後、ホットプレート4'に導かれる。ホットプレート4'に導入された炭素繊維束1はガイドロール3によつてホットプレート4'に押し付けられ、拡幅すると同時に急速に乾燥されるためホットプレート4'上で拡幅された炭素繊維束の扁平な形態がサイジング剤によつて固定され、本発明繊維束が得られるのである。

る。

「実施例」

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。

- 5 本例中、開繊性評価は第4図に示すドラムワインド装置（図中、11は炭素繊維ポビン、12は炭素繊維ポビンから引き出された炭素繊維束、13は樹脂含浸槽、14、15、16はジゴキバ一、17は巻き取りドラムを示す）で一方向ブリブレグを作製し、ブリブレグ外観を観察すると共にドラム上の1本当りの糸幅を読み取る方法を用いた。

実施例 1

- 15 フィラメント数12000の高強度炭素繊維（単位長重量=0.8g）を用いて糸束3m/分、張力3kg/糸条でサイジング液（特公昭57-49675号公報にしたがい調製した次に示す組成のエポキシ樹脂系にサイジング液）を付与し、ホットロール、ホットプレートおよび第3図に示す熱風循環式乾燥方式（図中、4'は熱風乾燥室）で夫々乾燥したサンプルを作製した。

<エポキシ樹脂系サイジング液組成>

- (a) エピコート828(シエル化学製品)30重量部
 (b) ビスフェノールAとEO2モル付加物 2モル
 マレイン酸 1.5モル
 セバチン酸 0.5モル
 の縮合物（酸価55）20重量部
 (c) ポリオキシエチレン（70モル）スチレン化
 （5モル）クミルフエノール5重量部
 (d) 水45重量部

- 30 本例中とホットロールはロール径が100mmφ、ホットプレートはプレート長が400mmであり、乾燥温度は夫々120℃、サイジング付与装置から乾燥機入口までの距離はいずれも0.5mとした。なお、比較例として用いた熱風循環式乾燥機での乾燥条件は180℃、機内滞留時間は2分とした。

これらのサンプルの評価結果は第1表に示す。

第 1 表

	乾燥方式	乾燥機出の糸幅(mm)	D/t	$W_1/(W_0+W_1)$	サイジング剤付着量(wt%)	ブリブレッグ外観	ドラム上の炭素繊維束1本の幅(mm)
実施例	HR	5~7	34	0.18	1.2	良好	9~10
	HP	5~7	42	0.16	1.3	良好(毛羽やや多い)	9~10
比較例	HA	1~1.5	4	0.4*	1.1	目開き多い	5~6

表中、HR；ホットローラ方式、HP；ホットプレート方式、HA；熱風方式を示す。

* 比較例の $W_1/(W_0+W_1)$ の値はホットローラ出相当の位置で測定した値である。

実施例 2

*~乾燥機入口までの距離を変更したサンプルを製作した。

実施例1に示した炭素繊維束とホットロールを用い、糸速3m/分で張力とサイジング付与装置*

サンプルの評価結果を第2表に示す。

第 2 表

	乾燥方式	乾燥温度(℃)	サイジング出~乾燥機間距離(m)	張力(kg/糸条)	D/t	$W_1/(W_0+W_1)$	サイジング剤付着量(wt%)	ブリブレッグ外観	ドラム上の炭素繊維束1本の幅(mm)
実施例	HR	120	0.2	1	27	0.25	1.1	良好	8~10
		120	0.2	3	42	0.18	1.3	良好	9~10
		120	0.2	5	61	0.13	1.1	良好	9~10
		120	0.2	7	72	0.10	1.0	良好(毛羽やや多い)	9~11
		120	0.5	1	21	0.23	1.2	良好	8~9
		120	0.5	3	34	0.17	1.2	良好	9~10
		120	0.5	5	52	0.15	1.2	良好	9~10
		120	0.5	7	61	0.08	1.1	良好(毛羽やや多い)	9~10
		120	0.8	1	15	0.23	1.1	良好	7~8
		120	0.8	3	27	0.19	1.1	良好	8~10
		120	0.8	5	42	0.13	1.0	良好	9~10
		120	0.8	7	52	0.09	1.2	良好(毛羽やや多い)	9~10
比較例	HA	180	0.5	1	4	0.50*	1.1	目開き大	5~6
		180	0.5	3	4	0.40*	1.2	目開き大	5~6
		180	0.5	5	4	0.35*	1.0	目開き大	5~6
		180	0.5	7	4	0.30*	1.1	目開き大	5~6

表中、HR；ホットローラ方式、HA；熱風方式を示す。

* 比較例の $W_1/(W_0+W_1)$ はホットローラ出相当位置で測定した値である。

実施例 3

実施例1に示した炭素繊維束を用い、糸速3

m/分、張力3kg/糸条、サイジング付与装置~乾燥機入口までの距離0.5mで、ホットロール径

を変更したサンプルを作製した。

サンプルの評価結果を第3表に示す。

第 3 表

	乾燥方式	HR径 (mm)	乾燥温度 (°C)	D/t	$W_1/(W_0+W)$	サイジング剤付着量 (wt%)	プリブレグ外観	ドラム上の炭素繊維束1本の幅 (mm)
実施例	HR	25	120	61	0.25	1.0	良好 (毛羽やや多い)	9~10
		50	120	42	0.23	1.3	良好	9~10
		100	120	34	0.18	1.0	良好	9~10
		200	120	27	0.02	1.3	良好	8~10
		300	120	21	0.00	1.1	良好	8~9
		500	120	15	0.00	1.1	良好	7~8
比較例	HA	—	180	4	0.4*	1.1	目開き多い	5~6

表中、HR；ホットローラ方式、HA；熱風方式を示す。

* 比較例の $W_1/(W_0+W)$ はホットローラ出相当位置で測定した値である。

〔発明の効果〕

- (1) 本発明の炭素繊維束は、サイジング処理した無燃炭素繊維の糸幅(D)と厚み(t)の比、 D/t を15以上と規定したことによつて、次のような効果を奏する。

- a 開繊性が格段に優れているため、該繊維束のプリブレグ工程での作業性が向上し、安定したプリブレグの製造が可能となる。
- b 炭素繊維束の形態が拡幅固定されているため、プリブレグ段階での新たな拡幅装置が不要になる。

- (2) 本発明の製造法および製造装置によれば、次の点から、開繊性の優れた本発明の炭素繊維束を容易に製造することができる。

- a サイジング剤が乾燥硬化しない状態で炭素繊維束をホットロールに押し付けるため、拡幅効果が極めて良好である。
- b 乾燥機を出た炭素繊維束の形態が拡幅固定されているため、工程走行中炭素繊維束のSまたはZ方向の回転を押えることができ、従つて、得られる炭素繊維束の開繊性が一層向

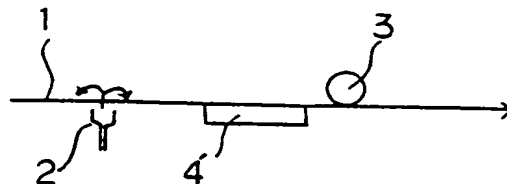
上する。

図面の簡単な説明

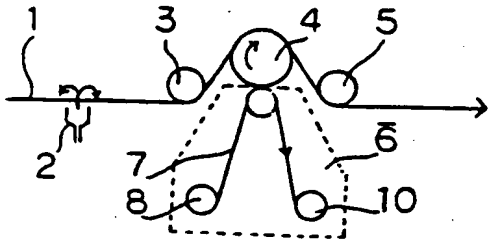
第1図は本発明にかかる無燃炭素繊維束のサイジング処理装置例の概略図、第2図は本発明にかかる無燃炭素繊維束の他のサイジング処理装置例(ホットプレート方式)の概略図、第3図は従来の熱風循環乾式燥機を用いたサイジング処理装置例の概略図で、第4図は炭素繊維束の開繊性評価に用いたドラムワインド装置を示す概略図である。

1；無燃炭素繊維束、2；サイジング付与手段、3、5；ガイドロール、4；ホットロール、4'；ホットプレート、4''；熱風乾燥室、6；ホットロールのクリーニング手段、7；ホットロール表面に付着するサイジング剤を拭取る拭き取り布、8；拭き取り布7の供給部、9；拭き取り布7をホットロールに押し付けるニップロール、10；拭き取り布7の巻取部、11；炭素繊維ポビン、12；炭素繊維ポビンから引き出された炭素繊維束、13；樹脂含浸槽、14，15，16；シギキパー、17；巻き取りドラム。

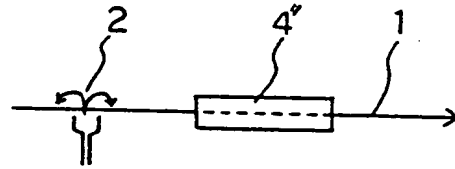
第2図



第1図



第3図



第4図

